

(19) Japanese Patent Office (JP)

**(12) LAID-OPEN PATENT  
PUBLICATION (A)**

**(11) Kokai Patent Application  
No. 2000-72602  
(P2000-72602A)**

(43) Publication Date: March 7, 2000

(51) Int. Cl. <sup>7</sup>	Identification Code	FI	Theme Code (reference)
A01N 25/14		A01N 25/14	4H011
25/22		25/22	
25/30		25/30	
47/34		47/34	E

Examination Request: Not requested

No. of Claims: 5 (Total of 9 pages)

(21) Application No.: Hei 10[1998]-240492

(22) Application Date: August 26, 1998

(71) Applicant(s): Nissan Chemical Industries, Ltd.  
3-7-1 Kandanishiki-cho, Chiyoda-ku,  
Tokyo

(72) Inventor(s): Nario Hattori  
Central Research Lab., Nissan  
Chemical Industries, Ltd.  
722-1 Tsuboi-cho, Funabashi-shi,  
Chiba-ken

Takuwa Kamaya  
Central Research Lab., Nissan  
Chemical Industries, Ltd.  
722-1 Tsuboi-cho, Funabashi-shi,  
Chiba-ken

F Term (reference): 4H011 A801 A802 BA04 BB06 BB08  
BS14 BC07 BC18

(54) TITLE: Granulated Water-Dispersible Powder With High Shelf Stability

**(57) Abstract**

**Purpose**

To provide a granulated water-dispersible powder with high shelf stability

**Constitution**

A granulated water-dispersible powder containing the following ingredients:

- (1) an agrochemical active ingredient with a melting point of 80°C or lower and in a solid state at 25°C,
- (2) a formalin condensate of naphthalene sulfonic acid or sodium lignin sulfonate,
- (3) an ortho-phosphate salt.

## CLAIMS

1. A granulated water-dispersible powder containing the following ingredients:

- (1) an agrochemical active ingredient with a melting point of 80°C or lower and in a solid state at 25°C,

- (2) a formalin condensate of naphthalene sulfonic acid or sodium lignin sulfonate,
- (3) an ortho-phosphate salt.

2. A granulated water-dispersible powder containing the following ingredients:

- (1) an agrochemical active ingredient with a melting point of 80°C or lower and in a solid state at 25°C,
- (2) a formalin condensate of naphthalene sulfonic acid and sodium lignin sulfonate,
- (3) an ortho-phosphate salt.

3. The granulated water-dispersible powder as cited in Claim 1 or 2 characterized in that the melting point of the agrochemical active ingredient (1) is 65°C or lower.

4. The granulated water-dispersible powder as cited in any of Claims 1-3 characterized in that in addition to an agrochemical active ingredient (1), it also contains a sulfonyl urea base herbicide as an active ingredient.

5. The granulated water-dispersible powder as cited in any of Claims 1-4 characterized in that said agrochemical active ingredient (1) is indanofan.

## **DETAILED EXPLANATION OF THE INVENTION**

[0001]

### **Technical field of the invention**

The present invention pertains to a type of granulated water-dispersible powder with high shelf stability.

[0002]

### **Prior art**

As described in Japanese Kokai Patent Application No. Hei 3[1991]-163006, in order to formulate an agrochemical active ingredient with a low melting point into a granulated water-dispersible powder, the agrochemical active ingredient is heated or dissolved in a solvent, then it is absorbed by an oil-absorbing carrier or the like, then it is mixed with one or more types of water-soluble carrier and mineral substance carrier. The mixture is then granulated by means of the wet extrusion pelletizing method or the dry pelletizing method. However, in this method, the in-water disintegration property and suspension stability when diluted with water degrade over time.

[0003]

Also, Japanese Kokoku Patent Application No. Sho 63[1988]-38004 described a type of granulated water-dispersible powder prepared by combining an alkali metal salt of phosphoric acid, a naphthalene sulfonate-based surfactant and saccharides. According to this invention, as the alkali metal salt of phosphoric acid, condensed phosphate salt is used. However, because the condensed phosphate salt has a low water solubility, the in-water disintegration property of the granulated water-dispersible powder may be poor.

[0004]

The granulated water-dispersible powder is diluted with water in a quantity of 500-2000 times that of the formulation for scattering. However, in recent years, in order to facilitate scattering of the agrochemical formulation, people have tried to reduce the quantity of water for dilution to 1-50 times the quantity of the formulation. However, as the quantity of water for dilution is reduced, the concentration of the agrochemical active ingredient and other auxiliary agents in the water for dilution increases, so that the suspension stability when diluted with water may become poor.

[0005]

#### **Problems to be solved by the invention**

The purpose of the present invention is to provide a type of granulated water-dispersible powder with no degradation in in-water disintegration property and suspension stability when diluted with water after [reasonable] shelf time, and with excellent dispersibility and suspension stability even when diluted with a small quantity of water.

[0006]

#### **Means for solving the problems**

In order to solve the aforementioned problem, the present inventors have performed extensive research. As a result of this research, it was found that the following listed granulated water-dispersible powder has no degradation in in-water disintegration property and suspension stability when diluted with water after [reasonable] shelf time, and has excellent dispersibility and suspension stability even when diluted with a small quantity of water. This led to the present invention. That is, the present invention pertains to a granulated water-dispersible powder with the following features (1)-(5).

[0007]

- (1) A granulated water-dispersible powder containing the following ingredients:
- (1) an agrochemical active ingredient with a melting point of 80°C or lower and in a solid state at 25°C,
  - (2) a formalin condensate of naphthalene sulfonic acid or sodium lignin sulfonate,
  - (3) an ortho-phosphate salt.

- (2) A granulated water dispersible powder containing the following ingredients:
- (1) an agrochemical active ingredient with a melting point of 80°C or lower and in a solid state at 25°C,
  - (2) a formalin condensate of naphthalene sulfonic acid and sodium lignin sulfonate,
  - (3) an ortho-phosphate salt.
- (3) The granulated water-dispersible powder as cited in (1) or (2) characterized in that the melting point of the agrochemical active ingredient (1) is 65°C or lower.
- (4) The granulated water-dispersible powder as cited in any of (1)-(3) characterized in that in addition to an agrochemical active ingredient (1), it also contains sulfonyl urea base herbicide active ingredient.
- (5) The granulated water-dispersible powder as cited in any of (1)-(4) characterized in that said agrochemical active ingredient (1) is indanofan.

[0008]

#### **Embodiment of the invention**

In order to manufacture the granulated water-dispersible powder of the present invention, the necessary quantities of the feed materials in a solid state are collected and homogeneously mixed, followed by fine pulverization. Here, fine pulverization may be carried out by means of an impact pulverizer, a ball mill, a Jet-O-Mizer or other dry pulverizer. Then an appropriate quantity of water and the remaining liquid feed materials in necessary quantities are added and mixed with the aforementioned prepared fine powder. They are blended, followed by pelletizing using a pelletizer and drying, forming the desired granulated water-dispersible powder. Here, granulation may be carried out by means of an extrusion type pelletizer, a pressing type pelletizer, a fluidized bed pelletizer, an agitation type pelletizer, a rotating pelletizer or other pelletizer.

[0009]

There is no specific restriction on the type of agrochemical active ingredient used in making the granulated water-dispersible powder of the present invention, as long as it has a melting point of 80°C or lower, and is in a solid state at 25°C. Examples include thenylchlor (generic name), methyldymron (generic name), dithiopyr (generic name), amiprofos-methyl (generic name), ioxynil octanoate (generic name), cyhalofop butyl (generic name), aminophos (anilofos, generic name), indanofan (generic name) fentrazamide (generic name), nitorofen (generic name), etc. On the other hand, examples of agrochemical active ingredients with melting points of 65°C or lower and in a solid state at 25°C include ioxynil octanoate (generic name), cyhalofop butyl (generic name), aminophos (anilofos, generic name), indanofan (generic name), etc.

[0010]

In addition to the aforementioned agrochemical active ingredient, the granulated water-dispersible powder of the present invention may also contain a sulfonyl urea-based herbicide active ingredient. Examples include pyrazosulfuron-ethyl (generic name), halosulfuron methyl (generic name), bensulfuron methyl (generic name), imazosulfuron (generic name), azimsulfuron (generic name), cinosulfuron (generic name), cyclosulfamuron (generic name), ethoxysulfuron (generic name), etc.

[0011]

Examples of the formalin condensate of naphthalene sulfonic acid for use in the granulated water-dispersible powder of the present invention include formalin condensate of naphthalene sulfonic acid, formalin condensate of naphthalene sulfonic acid, formalin condensate of alkyl naphthalene sulfonic acid, formalin condensate of naphthalene sulfonic acid and alkyl naphthalene sulfonic acid. More specifically, examples include Lunox 1000C (commercial name, product of Toho Kagaku K.K.), New Calgen WG-2 (commercial name, product of Takemoto Yushi K.K.), Tamol NN 9401 and Tamol NH 7519 (commercial names manufactured by BASF K.K.), Lavelin ANL-40, Lavelin ANH-40, and Lavelin W-40 (commercial names manufactured by Daiichi Kogyo Seiyaku K.K.), Vaniol HDL-100 (commercial name, manufactured by Nippon Seishi K.K.), Demol N, Demol RN, Demol MS, Demol SN-B, and Demol C (commercial names, manufactured by Kao Corporation), Polity N-100 (commercial name, manufactured by Lion Corp.), Supragil MNS/90 and Supragil RM/210-E (commercial names, manufactured by Rhone-Poulenc K.K.), etc. Among the formalin condensates of naphthalene sulfonic acid, the sodium salt of the formalin condensate of naphthalene sulfonic acid is preferred. The quantity of the formalin condensate of naphthalene sulfonic acid in the formulation should be in the range of 0.5-30 wt%, or preferably in the range of 0.5-20 wt%, or more preferably in the range of 0.5-10 wt%.

[0012]

Examples of the sodium lignin sulfonate for use in the granulated water dispersible powder of the present invention include San-X P252, Vanilex N, Vanilex RN, Pearlex DP, and Pearlex NP (these are commercial names, manufactured by Nippon Seishi K.K.), Borresperse NA, Ufoxane 2, and Ufoxane 3A (these are commercial names, manufactured by Borregaazrd Ligno Tech), Polyfon F, Polyfon H, Reax 100M, Reax 907, Reax 910, Kraftsperse DD-5, Kraftsperse DD-8, and Kraftsperse EDF-350 (these are commercial names, manufactured by Westvaco), etc. The quantity of sodium lignin sulfonate in the formulation should be in the range of 0.5-30 wt%, or preferably in the range of 0.5-20 wt%, or more preferably in the range of 0.5-10 wt%.

[0013]

Although only one of the formalin condensates of naphthalene sulfonic acid and sodium lignin sulfonate may be used, it is preferred that both of them be used because this can improve the suspension stability when the granulated water-dispersible powder is diluted with water.

[0014]

The ortho-phosphate salt for use in the granulated water-dispersible powder of the present invention has the structure shown in formula (1).

[0015]



[M: alkali metal (Li, Na, K) or ammonium (NH<sub>4</sub>); a: integer in the range of 1-3; b: integer in the range of 0-2 (the sum of a and b should be 3)]

Among ortho-phosphate salts, di-ammonium hydrogen phosphate is preferred. When a condensed phosphate is used in place of an ortho-phosphate salt, because the water solubility of the condensed phosphate salt is lower than the ortho-phosphate salt, the in-water disintegration property of the granulated water-dispersible powder is poor. Consequently, this is undesired. The quantity of the ortho-phosphate salt in the formulation should be in the range of 0.5-50 wt%, or preferably in the range of 0.5-40 wt%, or more preferably in the range of 0.5-30 wt%.

[0016]

As needed, other assisting agents, such as filler, disintegration-assisting agents, binder, stabilizer, defoaming agents, etc., may be added in the formulation.

[0017]

The defoaming agent is added for suppressing foaming of the diluted liquid. Examples of defoaming agents include silicon-based surfactants and fluorine-based surfactants, etc. The quantity of the defoaming agent added should be in the range of 0.01-5 wt%, or preferably in the range of 0.01-3 wt%, or more preferably in the range of 0.01-1 wt%.

[0018]

There is no specific restriction on the grain size of the granulated water-dispersible powder of the present invention. Usually, it is preferably in the range of 0.1-2 mm.

[0019]

The granulated water-dispersible powder of the present invention can be applied in water-filled farmland, dry farmland, cultivated farmland, non-cultivated farmland, etc. Preferably, it is applied in farmland filled with water after transplanting of [rice] seedlings. As far as the method of scattering is concerned, the granulated water-dispersible powder is diluted

with water, and the diluted liquid is scattered. Here, a smaller quantity of the diluting water is preferred for cutting the labor fee for scattering the agrochemical. Usually, the quantity of the diluting water with respect to the granulated water-dispersible powder should be in the range of 1-2000 times, or preferably in the range of 1-100 times, or more preferably in the range of 1-50 times.

[0020]

Table 1 lists the combinations of the preferable embodiments of the present invention. However, the present invention is not limited to these. In the table, the larger the value of No., the better the combination. The abbreviations in the table are defined as follows.

Nap: formalin condensate of naphthalene sulfonic acid, Lig: sodium lignin sulfonate, SU: sulfonyl urea-based herbicide active ingredient, <80°C: agrochemical active ingredient with a melting point of 80°C or lower [sic, lower than 80°C], <65°C: agrochemical active ingredient with a melting point of 65°C or lower [sic, lower than 65°C], O: contained in the granulated water-dispersible powder, X: not contained in granulated water-dispersible powder, (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>: di-ammonium hydrogen phosphate, water-filled farmland: farmland filled with water after transplanting of [rice] seedlings, 1-50: scattering after diluting with water 1-50 times that of the granulated water-dispersible powder, --: not specifically defined.

[0021]

[Table 1]

Table 1

No.	Agrochemical active ingredients	Nap	Lig	Ortho-phosphate salt	SU	Application field	Quantity of diluting water
1	<80°	○	×	Ortho-phosphate salt	×	—	—
2	<65°	○	×	Ortho-phosphate salt	×	—	—
2	<80°	○	○	Ortho-phosphate salt	×	—	—
2	<80°	○	×	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	×	—	—
2	<80°	○	×	Ortho-phosphate salt	○	—	—
2	<80°	○	×	Ortho-phosphate salt	×	Water-filled farmland	—
2	<80°	○	×	Ortho-phosphate salt	×	—	1-50
3	Indanofan	○	×	Ortho-phosphate salt	×	—	—
3	<65	○	○	Ortho-phosphate salt	×	—	—
3	<65	○	×	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	×	—	—
3	<65	○	×	Ortho-phosphate salt	○	—	—
3	<65	○	×	Ortho-phosphate salt	×	Water-filled farmland	—
3	<65	○	×	Ortho-phosphate salt	×	—	1-50
3	<80	○	○	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	×	—	—
3	<80	○	○	Ortho-phosphate salt	○	—	—
3	<80	○	○	Ortho-phosphate salt	×	Water-filled farmland	—

3	<80	○	○	Ortho-phosphate salt	x	—	1-50
3	<80	○	x	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	○	—	—
3	<80	○	x	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	x	Water-filled farmland	—
3	<80	○	x	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	x	—	1-50
3	<80	○	x	Ortho-phosphate salt	○	Water-filled farmland	—
3	<80	○	x	Ortho-phosphate salt	○	—	1-50

[0022]  
[Table 2]

Table 1 (continued)

No.	Agrochemical active ingredients	Nap	Lig	Ortho-phosphate salt	SU	Application field	Quantity of diluting water
3	<80°C	○	x	Ortho-phosphate salt	x	Water-filled farmland	1-50
4	Indanofan	○	○	Ortho-phosphate salt	x	—	—
4	Indanofan	○	x	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	x	—	—
4	Indanofan	○	x	Ortho-phosphate salt	○	—	—
4	Indanofan	○	x	Ortho-phosphate salt	x	Water-filled farmland	—
4	Indanofan	○	x	Ortho-phosphate salt	x	—	1-50
4	<65°C	○	○	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	x	—	—
4	<65°C	○	○	Ortho-phosphate salt	○	—	—
4	<65°C	○	○	Ortho-phosphate salt	x	Water-filled farmland	—
4	<65°C	○	○	Ortho-phosphate salt	x	—	1-50
4	<65°C	○	x	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	○	—	—
4	<65°C	○	x	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	x	Water-filled farmland	—
4	<65°C	○	x	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	x	—	1-50
4	<65°C	○	x	Ortho-phosphate salt	○	Water-filled farmland	—
4	<65°C	○	x	Ortho-phosphate salt	○	—	1-50
4	<65°C	○	x	Ortho-phosphate salt	x	Water-filled farmland	1-50
4	<80°C	○	○	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	○	—	—
4	<80°C	○	○	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	x	Water-filled farmland	—
4	<80°C	○	○	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	x	—	1-50
4	<80°C	○	○	Ortho-phosphate salt	○	Water-filled farmland	—
4	<80°C	○	○	Ortho-phosphate salt	○	—	1-50
4	<80°C	○	○	Ortho-phosphate salt	x	Water-filled farmland	1-50

[0023]  
[Table 3]

Table 1 (continued)

No.	Agrochemical active	Nap	Lig	Ortho-phosphate salt	SU	Application field	Quantity of diluting
-----	---------------------	-----	-----	----------------------	----	-------------------	----------------------



ingredients						water	
4	<80°C	○	×	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	○	Water-filled farmland	—
4	<80°C	○	×	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	○	—	1-50
4	<80°C	○	×	Ortho-phosphate salt	○	Water-filled farmland	1-50
5	Indanofan	○	○	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	×	—	—
5	Indanofan	○	○	Ortho-phosphate salt	○	—	—
5	Indanofan	○	○	Ortho-phosphate salt	×	Water-filled farmland	—
5	Indanofan	○	○	Ortho-phosphate salt	×	—	1-50
5	Indanofan	○	×	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	○	—	—
5	Indanofan	○	×	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	×	Water-filled farmland	—
5	Indanofan	○	×	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	×	—	1-50
5	Indanofan	○	×	Ortho-phosphate salt	○	Water-filled farmland	—
5	Indanofan	○	×	Ortho-phosphate salt	○	—	1-50
5	Indanofan	○	×	Ortho-phosphate salt	×	Water-filled farmland	1-50
5	<65°C	○	○	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	○	—	—
5	<65°C	○	○	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	×	Water-filled farmland	—
5	<65°C	○	○	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	×	—	1-50
5	<65°C	○	○	Ortho-phosphate salt	○	Water-filled farmland	—
5	<65°C	○	○	Ortho-phosphate salt	○	—	1-50
5	<65°C	○	○	Ortho-phosphate salt	×	Water-filled farmland	1-50
5	<65°C	○	×	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	○	Water-filled farmland	—
5	<65°C	○	×	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	○	—	1-50
5	<65°C	○	×	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	×	Water-filled farmland	1-50

[0024]

[Table 4]

Table 1 (continued)

No.	Agrochemical active ingredients	Nap	Lig	Ortho-phosphate salt	SU	Application field	Quantity of diluting water
5	<65°C	○	×	Ortho-phosphate salt	○	Water-filled farmland	1-50
5	<80°C	○	○	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	○	Water-filled farmland	—
5	<80°C	○	○	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	○	—	1-50
5	<80°C	○	○	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	×	Water-filled farmland	1-50
5	<80°C	○	○	Ortho-phosphate salt	○	Water-filled farmland	1-50
5	<80°C	○	×	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	○	Water-filled farmland	1-50
6	Indanofan	○	○	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	○	—	—
6	Indanofan	○	○	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	×	Water-filled farmland	—
6	Indanofan	○	○	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	×	×	1-50

6	Indanofan	○	○	Ortho-phosphate salt	○	Water-filled farmland	—
6	Indanofan	○	○	Ortho-phosphate salt	○	x	1-50
6	Indanofan	○	○	Ortho-phosphate salt	x	Water-filled farmland	1-50
6	Indanofan	○	x	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	○	Water-filled farmland	—
6	Indanofan	○	x	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	○	x	1-50
6	Indanofan	○	x	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	x	Water-filled farmland	1-50
6	Indanofan	○	x	Ortho-phosphate salt	○	Water-filled farmland	1-50
6	<65°C	○	○	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	○	Water-filled farmland	—
6	<65°C	○	○	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	○	x	1-50
6	<65°C	○	○	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	x	Water-filled farmland	1-50
6	<65°C	○	○	Ortho-phosphate salt	○	Water-filled farmland	1-50
6	<65°C	○	x	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	○	Water-filled farmland	1-50
6	<80°C	○	○	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	○	Water-filled farmland	1-50

[0025]

[Table 5]

Table 1 (continued)

No.	Agrochemical active ingredients	Nap	Lig	Ortho-phosphate salt	SU	Application field	Quantity of diluting water
7	Indanofan	○	○	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	○	Water-filled farmland	—
7	Indanofan	○	○	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	○	Water-filled farmland	1-50
7	Indanofan	○	○	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	x	—	1-50
7	Indanofan	○	○	Ortho-phosphate salt	○	Water-filled farmland	1-50
7	Indanofan	○	x	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	○	Water-filled farmland	1-50
7	<65°C	○	○	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	○	Water-filled farmland	1-50
8	Indanofan	○	○	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	○	Water-filled farmland	1-50

[0026]

In the following, the present device will be explained in more detail with reference to application examples, comparative examples, and test examples. However, the present invention is not limited to them. In the following application examples, “parts” refers to parts by weight.

[0027]

## Application Examples

### Application Example 1

[0028]

[Table 6]

(1) Pyrazosulfuron ethyl as feed substance:	5.92 parts
(2) Indanofan as feed substance:	40.67 parts
(3) Hydrate amorphous silicon dioxide:	1.26 parts
(4) Sodium salt of formalin condensate of naphthalene sulfonic acid and alkyl naphthalene sulfonic acid:	8.17 parts
(5) Sodium lignin sulfonate:	5.11 parts
(6) Di-ammonium hydrogen phosphate:	20.43 parts
(7) Clay:	18.44 parts

[0029]

The above-listed ingredients were mixed, and the mixture was fine pulverized by means of a Jet-O-Mizer (product of Seishin Kigyo K.K.) to form powder premix A.

[0030]

[Table 7]

(8) Ammonium polyoxyethylene alkyl phenyl ether sulfonate:	7.38 parts
(9) Perfluoro alkyl phosphate salt:	0.37 part
(10) Water:	92.25 parts

[0031]

The above-listed ingredients were mixed to form liquid feed material premix B. 78.32 parts of powder premix A and 21.68 parts of liquid feed material premix B were loaded in a mixer. After mixing, the mixture was pelletized by means of an extrusion type pelletizer with a 0.5-mm-diameter screen installed on it. After drying at 50°C, the pellets were sorted with a 20-50-mesh screen, forming the granulated water-dispersible powder of the present invention.

### ***Application Example 2***

[0032]

[Table 8]

(1) Pyrazosulfuron ethyl as feed substance:	5.92 parts
(2) Indanofan as feed substance:	40.67 parts
(3) Hydrate amorphous silicon dioxide:	1.26 parts
(4) Sodium salt of formalin condensate of naphthalene sulfonic acid and alkyl naphthalene sulfonic acid:	8.17 parts
(5) Di-ammonium hydrogen phosphate:	20.43 parts
(6) Clay:	23.54 parts

[0033]

The above-listed ingredients were mixed, and the mixture was fine pulverized by means of a Jet-O-Mizer (product of Seishin Kigyo K.K.) to form powder premix A.

[0034]

[Table 9]

(7) Ammonium polyoxyethylene alkyl phenyl ether sulfonate:	7.38 parts
(8) Perfluoro alkyl phosphate salt:	0.37 part
(9) Water:	92.25 parts

[0035]

The above-listed ingredients were mixed to form liquid feed material premix B. 78.32 parts of powder premix A and 21.68 parts of liquid feed material premix B were loaded in a mixer. After mixing, the mixture was pelletized by means of an extrusion type pelletizer with a 0.5-mm-diameter screen installed on it. After drying at 50°C, the pellets were sorted with a 20-50-mesh screen, forming the granulated water-dispersible powder of the present invention.

### ***Application Example 3***

[0036]

[Table 10]

(1) Indanofan as feed substance:	40.67 parts
(2) Hydrate amorphous silicon dioxide:	1.26 parts
(3) Sodium salt of formalin condensate of naphthalene sulfonic acid and alkyl naphthalene sulfonic acid:	8.17 parts
(4) Sodium lignin sulfonate:	5.11 parts
(5) Di-ammonium hydrogen phosphate:	20.43 parts
(6) Clay:	24.36 parts

[0037]

The above-listed ingredients were mixed, and the mixture was fine pulverized by means of a Jet-O-Mizer (product of Seishin Kigyo K.K.) to form powder premix A.

[0038]

[Table 11]

(7) Ammonium polyoxyethylene alkyl phenyl ether sulfonate:	7.38 parts
(8) Perfluoro alkyl phosphate salt:	0.37 part
(9) Water:	92.25 parts

[0039]

The above-listed ingredients were mixed to form liquid feed material premix B. 78.32 parts of powder premix A and 21.68 parts of liquid feed material premix B were loaded in a mixer. After mixing, the mixture was pelletized by means of an extrusion type pelletizer with a 0.5-mm-diameter screen installed on it. After drying at 50°C, the pellets were sorted with a 20-50-mesh screen, forming the granulated water-dispersible powder of the present invention.

#### ***Application Example 4***

[0040]

[Table 12]

(1) Indanofan as feed substance:	40.67 parts
(2) Hydrate amorphous silicon dioxide:	1.26 parts
(3) Sodium salt of formalin condensate of naphthalene sulfonic acid and alkyl naphthalene sulfonic acid:	8.17 parts
(4) Di-ammonium hydrogen phosphate:	20.43 parts
(5) Clay:	29.47 parts

[0041]

The above-listed ingredients were mixed, and the mixture was fine pulverized by means of a Jet-O-Mizer (product of Seishin Kigyo K.K.) to form powder premix A.

[0042]

[Table 13]

(6) Ammonium polyoxyethylene alkyl phenyl ether sulfonate:	7.38 parts
(7) Perfluoro alkyl phosphate salt:	0.37 part
(8) Water:	92.25 parts

[0043]

The above-listed ingredients were mixed to form liquid feed material premix B. 78.32 parts of powder premix A and 21.68 parts of liquid feed material premix B were loaded in a mixer. After mixing, the mixture was pelletized by means of an extrusion type pelletizer with a 0.5-mm-diameter screen installed on it. After drying at 50°C, the pellets were sorted with a 20-50-mesh screen, forming the granulated water-dispersible powder of the present invention.

#### ***Comparative Example 1***

[0044]

[Table 14]

(1) Pyrazosulfuron ethyl as feed substance:	5.92 parts
(2) Indanofan as feed substance:	40.67 parts

(3) Hydrate amorphous silicon dioxide:	1.26 parts
(4) Sodium salt of formalin condensate of naphthalene sulfonic acid and alkyl naphthalene sulfonic acid:	8.17 parts
(5) Sodium lignin sulfonate:	5.11 parts
(6) Potassium chloride:	20.43 parts
(7) Clay:	18.44 parts

[0045]

The above-listed ingredients were mixed, and the mixture was fine pulverized by means of a Jet-O-Mizer (product of Seishin Kigyo K.K.) to form powder premix A.

[0046]

[Table 15]

(8) Ammonium polyoxyethylene alkyl phenyl ether sulfonate:	7.38 parts
(9) Perfluoro alkyl phosphate salt:	0.37 part
(10) Water:	92.25 parts

[0047]

The above-listed ingredients were mixed to form liquid feed material premix B. 78.32 parts of powder premix A and 21.68 parts of liquid feed material premix B were loaded in a mixer. After mixing, the mixture was pelletized by means of an extrusion type pelletizer with a 0.5-mm-diameter screen installed on it. After drying at 50°C, the pellets were sorted with a 20-50-mesh screen, forming the granulated water-dispersible powder of the present invention.

## ***Comparative Example 2***

[0048]

[Table 16]

(1) Pyrazosulfuron ethyl as feed substance:	5.92 parts
(2) Indanofan as feed substance:	40.67 parts
(3) Hydrate amorphous silicon dioxide:	1.26 parts
(4) Sodium salt of formalin condensate of naphthalene sulfonic acid and alkyl naphthalene sulfonic acid:	8.17 parts
(5) Sodium lignin sulfonate:	5.11 parts
(6) Ammonium sulfate:	20.43 parts
(7) Clay:	18.44 parts

[0049]

The above-listed ingredients were mixed, and the mixture was fine pulverized by means of a Jet-O-Mizer (product of Seishin Kigyo K.K.) to form powder premix A.

[0050]

[Table 17]

(8) Ammonium polyoxyethylene alkyl phenyl ether sulfonate:	7.38 parts
(9) Perfluoro alkyl phosphate salt:	0.37 part
(10) Water:	92.25 parts

[0051]

The above-listed ingredients were mixed to form liquid feed material premix B. 78.32 parts of powder premix A and 21.68 parts of liquid feed material premix B were loaded in a mixer. After mixing, the mixture was pelletized by means of an extrusion type pelletizer with a 0.5-mm-diameter screen installed on it. After drying at 50°C, the pellets were sorted with a 20-50-mesh screen, forming the granulated water-dispersible powder of the present invention.

[0052]

#### **Test Example 1 In-water disintegration property test**

A 1.0 g sample of the granulated water-dispersible powder was accurately measured. The measured sample of the granulated water-dispersible powder was loaded in a 100-mL test tube with a cork applied to it and having 100 mL of #3 hard water loaded in it and arranged in a water vessel controlled at 20°C. After sitting still for 20 sec, the test tube was inverted at a rate of one cycle of inversion in 2 sec, and the number of inversions of the test tube until the sample was fully disintegrated was taken as the in-water disintegration property measurement. Here, the maximum number of rounds of inversion of the test tube was set at 20. If the granulated water-dispersible powder still had not disintegrated after 20 rounds of inversion, the number of rounds of inversion was taken as "over 20 rounds". The smaller the number of inversion cycles, the better the disintegration property in water. The results are listed in Table 2.

#### **Test Example 2 Suspension stability test 1**

(Dispersion stability test)

After the test tube had been inverted for 20 rounds in Test Example 2, it was set at rest for 30 min. Then the quantity of the precipitate at the bottom of the test tube was measured to get the suspension stability. The smaller the quantity of the precipitate, the higher the suspension stability. The results are listed in Table 2.

#### **Test Example 3 Suspension stability test 2 (test for sample with a low dilution rate)**

A 4.0 g sample of the granulated water-dispersible powder was accurately measured. The measured sample of granulated water-dispersible powder was loaded in a 100-mL test tube

with a cork applied to it and having 50 mL of #10 hard water (12.5 times the quantity of the granulated water-dispersible powder) loaded in it and arranged in a water vessel controlled at 20°C. After sitting still for 20 sec, the test tube was inverted for 30 rounds at a rate of one cycle of inversion in 2 sec, followed by sitting still for 30 min. Then 1 mL of the diluted liquid was collected with a ball pipette from the middle of the column of diluted liquid, and the content of the agrochemical active ingredient was determined by means of liquid chromatography. Then the suspension rate was determined using formula (2). The nearer the suspension rate to 100%, the higher the suspension stability. The results are listed in Table 3.

[0053]

$$\text{Suspension rate (\%)} = (B \times V / A) \times 100 \quad (2)$$

A: Weight of the effective ingredient in the measured granulated water-dispersible powder

B: Weight of the effective ingredient in the collected diluted liquid

V: Quantity of the diluted liquid after 30 rounds of inversion (mL)

[0054]

[Table 18]

Table 2 [sic]

Granulated water-dispersible powder	In-water disintegration property (number of rounds)		Suspension stability (mL)	
	Right after manufacturing	After shelf time of 1 month at 50°C	Right after manufacturing	After shelf time of 1 month at 50°C
Application Example 1	7	7	0.15	0.35
Application Example 2	5	5	0.35	0.60
Application Example 3	7	7	0.15	0.40
Application Example 4	6	6	0.35	0.55
Comparative Example 1	5	Over 20 rounds	0.20	1.80
Comparative Example 2	7	Over 20 rounds	0.15	2.00

[0055]

As can be seen from Table 2, for the granulated water-dispersible powder of the present invention, even after a shelf time of 1 month at 50°C, a severe condition, the in-water disintegration property and suspension stability are still excellent. As can be seen from a comparison between Application Examples 1 and 2 and between Application Examples 3 and 4, it can be seen that the suspension stability is better when both sodium lignin sulfonate and formalin condensate of naphthalene sulfonic acid are used than when only formalin condensate of naphthalene sulfonic acid is used.

[0056]

[Table 19]

Table 3 [sic]

Granulated water-dispersible powder	Suspension rate (%)	
	(Pyrazosulfuron ethyl)	(Indenofan)
Application Example 1	98.5	99.5



[0057]

As can be seen from Table 3, for the granulated water-dispersible powder of the present invention, even when it is diluted with a small quantity of water, the suspension stability is still high.

[0058]

**Effects of the invention**

The granulated water-dispersible powder of the present invention displays no degradation in in-water disintegration property and suspension stability when diluted with water after [reasonable] shelf time under severe conditions, and it has excellent dispersibility and suspension stability even when it is diluted with a small quantity of water.

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11) 特許出願公開番号  
特開2000-72602  
(P2000-72602A)

(43) 公開日 平成12年3月7日(2000.3.7)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テームコード*(参考)
A 0 1 N 25/14		A 0 1 N 25/14	4 H 0 1 1
25/22		25/22	
25/30		25/30	
47/34		47/34	E

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 9 頁)

(21) 出願番号	特願平10-240492	(71) 出願人	000003986 日産化学工業株式会社 東京都千代田区神田錦町3丁目7番地1
(22) 出願日	平成10年8月26日(1998.8.26)	(72) 発明者	服部 成男 千葉県船橋市坪井町722番地1 日産化学 工業株式会社中央研究所内
		(72) 発明者	釜谷 拓和 千葉県船橋市坪井町722番地1 日産化学 工業株式会社中央研究所内
		F ターム(参考)	4H011 AB01 AB02 BA04 BB06 BB08 BB14 BC07 BC18

(54) 【発明の名称】 保存安定性の良好な粒状水和剤

(57) 【要約】

【課題】 保存安定性の良好な粒状水和剤を提供する。

【解決手段】 下記(1)～(3)を含有する粒状水和剤。

(1) 融点が80℃以下であり、25℃で固体である農薬  
活性成分

(2) ナフタレンスルホン酸ホルマリン縮合物またはリグ  
ニンスルホン酸ナトリウム

(3) オルトリン酸塩

【特許請求の範囲】

【請求項1】 下記(1)～(3)を含有する粒状水和剤。

(1)融点が80℃以下であり、25℃で固体である農薬活性成分

(2)ナフタレンスルホン酸ホルマリン縮合物またはリグニンスルホン酸ナトリウム

(3)オルトリン酸塩

【請求項2】 下記(1)～(3)を含有する粒状水和剤。

(1)融点が80℃以下であり、25℃で固体である農薬活性成分

(2)ナフタレンスルホン酸ホルマリン縮合物及びリグニンスルホン酸ナトリウム

(3)オルトリン酸塩

【請求項3】 (1)の農薬活性成分の融点が65℃以下である請求項1乃至2記載の粒状水和剤。

【請求項4】 (1)の農薬活性成分以外に、さらにスルホニルウレア系除草活性成分を含有する請求項1乃至3記載の粒状水和剤。

【請求項5】 (1)の農薬活性成分がインダノファンである請求項1乃至4記載の粒状水和剤。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明が属する技術分野】本発明は、保存安定性の良好な粒状水和剤に関するものである。

【0002】

【従来の技術】低融点の農薬活性成分を粒状水和剤に製剤化する場合、例えば特開平3-163006号公報に見られるように、当該農薬活性成分を加温又は、溶媒により溶解させ、吸油性担体などに吸収させ、さらに水溶性担体および鉱物質担体から選ばれる1種以上を含有させた混合物を、湿式押出造粒法または乾式造粒法で造粒する方法が知られている。しかし、この方法では経時的に水希釈時の水中崩壊性や懸濁安定性の悪化が起こることがあった。

【0003】また、リン酸アルカリ金属塩、ナフタレンスルホン酸系界面活性剤及び糖類を配合した粒状水和剤が特公昭63-38004号公報に記載されている。該発明ではリン酸アルカリ金属塩として縮合リン酸塩を使用しているが、縮合リン酸塩は水溶解度が低いため、粒状水和剤の水中崩壊性が良くない場合があった。

【0004】粒状水和剤は、これまで製剤量の500倍～2000倍量の水に希釈して散布していたが、近年農薬散布の省力化の観点から、希釈水量を製剤量の1～50倍に減らす試みがされている。しかし、希釈水量を減らすことは、農薬活性成分、その他の補助剤が希釈水中に高濃度に存在するようになるため、水に希釈した際の懸濁安定性の悪化を引き起こす場合があった。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、経時的に水希釈時の水中崩壊性や懸濁安定性が悪化せず、かつ少量

の水に希釈した場合でも分散性や懸濁安定性に優れる粒状水和剤を提供することにある。

【0006】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、上記課題を解決すべく種々検討を重ねた結果、下記粒状水和剤が、経時的に水希釈時の水中崩壊性や懸濁安定性が悪化せず、かつ少量の水に希釈した場合でも分散性や懸濁安定性に優れることを見出し本発明を完成した。即ち本発明は以下の〔1〕～〔5〕の粒状水和剤に関するものである。

【0007】〔1〕下記(1)～(3)を含有する粒状水和剤。

(1)融点が80℃以下であり、25℃で固体である農薬活性成分

(2)ナフタレンスルホン酸ホルマリン縮合物またはリグニンスルホン酸ナトリウム

(3)オルトリン酸塩

〔2〕下記(1)～(3)を含有する粒状水和剤。

(1)融点が80℃以下であり、25℃で固体である農薬活性成分

(2)ナフタレンスルホン酸ホルマリン縮合物及びリグニンスルホン酸ナトリウム

(3)オルトリン酸塩

〔3〕(1)の農薬活性成分の融点が65℃以下である

〔1〕乃至〔2〕記載の粒状水和剤。

〔4〕(1)の農薬活性成分以外に、さらにスルホニルウレア系除草活性成分を含有する〔1〕乃至〔3〕記載の粒状水和剤。

〔5〕(1)の農薬活性成分がインダノファンである

〔1〕乃至〔4〕記載の粒状水和剤。

【0008】

【発明の実施の形態】本発明粒状水和剤を製造するには、固体の原料を必要量採取し、均一に混合した後、微粉砕する。微粉砕は、衝撃式粉砕機、ボールミル及びジェットオーマイザー等の乾式粉砕器により行うことができる。次いで、適量の水と残りの液体の原料を必要量混合したものと、先ほど得られた微粉末を混合、混練したのち、造粒機を用いて造粒し、乾燥して目的の粒状水和剤を得る。造粒は押出式造粒機、加圧式造粒機、流動層造粒機、攪拌造粒機及び転動造粒機等の造粒機により行うことができる。

【0009】本発明の粒状水和剤で用いる農薬活性成分としては、融点が80℃以下であって25℃で固体であれば特に限定されず、例えばテニルクロール (thenylchlor/一般名)、メチルダイムロン (methyldymron/一般名)、ジチオピル (dithiopyr/一般名)、アミプロホスメチル (amiprofos-methyl/一般名)、アイオキシニル (ioxynil octanoate/一般名)、シハロホップブチル (cyhalofop butyl/一般名)、アニロホス (aminophos、anilofos/一般名)、インダノファン (indanofa

n／一般名)、フェントラザミド(fentrazamide／一般名)及びニトロフェン(nitrofen／一般名)などが挙げられる。また、融点が65℃以下であって25℃で固体の農薬活性成分としては、例えばアイオキシニル(ioxynil octanoate／一般名)、シハロホップブチル(cyhalofop butyl／一般名)、アニロホス(aminophos、anilofos／一般名)及びインダノファン(indanofan／一般名)などが挙げられる。

【0010】本発明の粒状水和剤では、上記農薬活性成分に加えてスルホンルウレア系除草活性成分を含有してもよく、例えば、ピラゾスルフロンエチル(pyrazosulfuron-ethyl／一般名)、ハロスルフロンメチル(halosulfuron methyl／一般名)、ベンスルフロンメチル(ben-sulfuron methyl／一般名)、イマゾスルフロン(imazosulfuron／一般名)、アジムスルフロン(azimsulfuron／一般名)、シノスルフロン(cinosulfuron／一般名)、シクロスルファミロン(cyclosulfamuron／一般名)及びエトキシスルフロン(ethoxysulfuron／一般名)などが挙げられる。

【0011】本発明の粒状水和剤で用いるナフタレンスルホン酸ホルマリン縮合物とは、ナフタレンスルホン酸のホルマリン縮合物、アルキルナフタレンスルホン酸のホルマリン縮合物及びナフタレンスルホン酸とアルキルナフタレンスルホン酸のホルマリン縮合物、並びにこれらの塩であり、具体的には、ルノックス 1000C(商品名／東邦化学(株)製)、ニューカルゲン WG-2(商品名／竹本油脂(株)製)、タモール(Tamol) NN9401、タモール NH7519(以上、商品名／BASF(株)製)、ラベリン ANL-40、ラベリン ANH-40、ラベリン W-40(以上、商品名／第一工業製薬(株)製)、パニオール HDL-100(商品名／日本製紙(株)製)、デモール N、デモール RN、デモール MS、デモール SN-B、デモール C(以上、商品名／花王(株)製)、ポリティ N-100(商品名／ライオン(株)製)、スーブラジル(SUPRAGIL) MNS/90及びスーブラジル RM/210-E(以上、商品名／ローズブーラン(株)製)などが挙げられる。ナフタレンスルホン酸ホルマリン縮合物の中では、ナフタレンスルホン酸とアルキルナフタレンスルホン酸のホルマリン縮合物のナトリウム塩が好ましい。ナフタレンスルホン酸ホルマリン縮合物の製剤中の配合量としては、通常0.5～30重量%、好ましくは0.5～20重量%、さらに好ましくは0.5～10重量%である。

【0012】本発明の粒状水和剤で用いるリグニンスルホン酸ナトリウムとして具体的には、サンエキス P-25 2、パニレックス N、パニレックス RN、パールレックス DP、パールレックス NP(以上、商品名／日本製紙(株)製)、ボレスパース(Borresperse) NA、ユホキサン(Ufothane) 2、ユホキサン 3A(以上、商品名／ボレガード リグノテック(Borregaard LignoTech)製)、ポリホン(POLYFON) F、ポリホン H、リアック

ス(REAX) 100M、リアックス 907、リアックス 910、クラフトスパース(KRAFTSPERSE) DD-5、クラフトスパース DD-8及びクラフトスパース EDF-350(以上、商品名／ウエストベーク(Westvaco)製)などが挙げられる。リグニンスルホン酸ナトリウムの製剤中の配合量としては、通常0.5～30重量%、好ましくは0.5～20重量%、さらに好ましくは0.5～10重量%である。

【0013】ナフタレンスルホン酸ホルマリン縮合物とリグニンスルホン酸ナトリウムは、いずれか一方のみを用いてもよいが、併用した方が粒状水和剤を水に希釈した時の懸濁安定性が向上するため好ましい。

【0014】本発明の粒状水和剤で用いるオルトリン酸塩は、式(1)の構造を持つものである。

【0015】 $\text{MaHbPO}_4$  (1)

[M:アルカリ金属(Li、Na、K)またはアンモニウム( $\text{NH}_4$ )、a:1～3までの整数、b:0～2までの整数(但し、aとbは加えて3になる)]

オルトリン酸塩の中では、リン酸水素二アンモニウムが好ましい。オルトリン酸塩の代わりに縮合リン酸塩を用いた場合には、縮合リン酸塩の水溶解度がオルトリン酸塩より低い場合、粒状水和剤の水中崩壊性が良くなく、配合に適さない。オルトリン酸塩の製剤中の配合量としては、通常0.5～50重量%、好ましくは0.5～40重量%、さらに好ましくは0.5～30重量%である。

【0016】本製剤中には、その他の助剤として、必要に応じて、増量剤、崩壊助剤、結合剤、安定剤及び消泡剤等を配合することができる。

【0017】消泡剤は、希釈液の泡立ちを抑えるために配合し、シリコン系界面活性剤及びフッ素系界面活性剤等を挙げることができる。消泡剤の配合量は、通常0.01～5重量%、好ましくは0.01～3重量%、さらに好ましくは、0.01～1重量%である。

【0018】本発明の粒状水和剤の粒径は特に限定されないが、0.1～2mmが望ましい。

【0019】本発明の粒状水和剤は、使用分野を選ばず、水田、畑作、農耕地及び非農耕地等で使用できるが、田植後湛水下水田に散布するのに適している。散布の方法は、当該粒状水和剤を水に希釈し、希釈液を散布するが、希釈水の量は少ないほうが農薬散布の省力化が図れる。通常、希釈水の量は当該粒状水和剤に対して、1～2000倍であり、好ましくは、1～100倍であり、更に好ましくは、1～50倍である。

【0020】本発明の好ましい実施態様の組み合わせを表-1に示すが、本発明はこれらに限定されるものではない。表中のNo.の値が大きいほど、より好ましい組み合わせである。なお、表中の略号の意味は以下の通りである。

Na p: ナフタレンスルホン酸ホルマリン縮合物、Li

g : リグニンスルホン酸ナトリウム、SU : スルホニル  
ウレア系除草活性成分、<80℃ : 融点 8 0℃以下の農薬  
活性成分、<65℃ : 融点 6 5℃以下の農薬活性成分、  
○ : 粒状水和剤中に含有される、× : 粒状水和剤中に含  
有されない、(NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> : リン酸水素二アンモニウム、

湛水田 : 田植後湛水下水田に使用する、1～50 : 粒状水  
和剤に対して 1 ～ 5 0 倍量の水で希釈して散布、— : 特  
に限定されない。

【 0 0 2 1 】

【表 1】

表－1

No.	農薬活性成分	N a p	L i g	オルトリン酸塩	S U	使用分野	希釈水量
1	<80℃	○	×	オルトリン酸塩	×	—	—
2	<65℃	○	×	オルトリン酸塩	×	—	—
2	<80℃	○	○	オルトリン酸塩	×	—	—
2	<80℃	○	×	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	×	—	—
2	<80℃	○	×	オルトリン酸塩	○	—	—
2	<80℃	○	×	オルトリン酸塩	×	湛水田	—
2	<80℃	○	×	オルトリン酸塩	×	—	1～50
3	インダノファン	○	×	オルトリン酸塩	×	—	—
3	<65℃	○	○	オルトリン酸塩	×	—	—
3	<65℃	○	×	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	×	—	—
3	<65℃	○	×	オルトリン酸塩	○	—	—
3	<65℃	○	×	オルトリン酸塩	×	湛水田	—
3	<65℃	○	×	オルトリン酸塩	×	—	1～50
3	<80℃	○	○	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	×	—	—
3	<80℃	○	○	オルトリン酸塩	○	—	—
3	<80℃	○	○	オルトリン酸塩	×	湛水田	—
3	<80℃	○	○	オルトリン酸塩	×	—	1～50
3	<80℃	○	×	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	○	—	—
3	<80℃	○	×	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	×	湛水田	—
3	<80℃	○	×	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	×	—	1～50
3	<80℃	○	×	オルトリン酸塩	○	湛水田	—
3	<80℃	○	×	オルトリン酸塩	○	—	1～50

【 0 0 2 2 】

【表 2】

表－1（続き）

No.	農薬活性成分	N a p	L i g	オルトリン酸塩	S U	使用分野	希釈水量
3	<80℃	○	×	オルトリン酸塩	×	湛水田	1～50
4	インダノファン	○	○	オルトリン酸塩	×	—	—
4	インダノファン	○	×	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	×	—	—
4	インダノファン	○	×	オルトリン酸塩	○	—	—
4	インダノファン	○	×	オルトリン酸塩	×	湛水田	—
4	インダノファン	○	×	オルトリン酸塩	×	—	1～50
4	<65℃	○	○	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	×	—	—
4	<65℃	○	○	オルトリン酸塩	○	—	—
4	<65℃	○	○	オルトリン酸塩	×	湛水田	—
4	<65℃	○	○	オルトリン酸塩	×	—	1～50
4	<65℃	○	×	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	○	—	—
4	<65℃	○	×	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	×	湛水田	—
4	<65℃	○	×	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	×	—	1～50

4	<65℃	○	×	オルトリン酸塩	○	湛水田	—
4	<65℃	○	×	オルトリン酸塩	○	—	1～50
4	<65℃	○	×	オルトリン酸塩	×	湛水田	1～50
4	<80℃	○	○	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	○	—	—
4	<80℃	○	○	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	×	湛水田	—
4	<80℃	○	○	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	×	—	1～50
4	<80℃	○	○	オルトリン酸塩	○	湛水田	—
4	<80℃	○	○	オルトリン酸塩	○	—	1～50
4	<80℃	○	○	オルトリン酸塩	×	湛水田	1～50

【0023】

【表3】

表－1（続き）

No.	農薬活性成分	N a p	L i g	オルトリン酸塩	S U	使用分野	希釈水量
4	<80℃	○	×	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	○	湛水田	—
4	<80℃	○	×	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	○	—	1～50
4	<80℃	○	×	オルトリン酸塩	○	湛水田	1～50
5	インダノファン	○	○	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	×	—	—
5	インダノファン	○	○	オルトリン酸塩	○	—	—
5	インダノファン	○	○	オルトリン酸塩	×	湛水田	—
5	インダノファン	○	○	オルトリン酸塩	×	—	1～50
5	インダノファン	○	×	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	○	—	—
5	インダノファン	○	×	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	×	湛水田	—
5	インダノファン	○	×	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	×	—	1～50
5	インダノファン	○	×	オルトリン酸塩	○	湛水田	—
5	インダノファン	○	×	オルトリン酸塩	○	—	1～50
5	インダノファン	○	×	オルトリン酸塩	×	湛水田	1～50
5	<65℃	○	○	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	○	—	—
5	<65℃	○	○	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	×	湛水田	—
5	<65℃	○	○	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	×	—	1～50
5	<65℃	○	○	オルトリン酸塩	○	湛水田	—
5	<65℃	○	○	オルトリン酸塩	○	—	1～50
5	<65℃	○	○	オルトリン酸塩	×	湛水田	1～50
5	<65℃	○	×	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	○	湛水田	—
5	<65℃	○	×	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	○	—	1～50
5	<65℃	○	×	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	×	湛水田	1～50

【0024】

【表4】

表－1（続き）

No.	農薬活性成分	N a p	L i g	オルトリン酸塩	S U	使用分野	希釈水量
5	<65℃	○	×	オルトリン酸塩	○	湛水田	1～50
5	<80℃	○	○	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	○	湛水田	—
5	<80℃	○	○	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	○	—	1～50
5	<80℃	○	○	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	×	湛水田	1～50
5	<80℃	○	○	オルトリン酸塩	○	湛水田	1～50
5	<80℃	○	×	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	○	湛水田	1～50
6	インダノファン	○	○	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	○	—	—

6	インダノファン	○	○	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	×	湛水田	—
6	インダノファン	○	○	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	×	—	1～50
6	インダノファン	○	○	オルトリン酸塩	○	湛水田	—
6	インダノファン	○	○	オルトリン酸塩	○	—	1～50
6	インダノファン	○	○	オルトリン酸塩	×	湛水田	1～50
6	インダノファン	○	×	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	○	湛水田	—
6	インダノファン	○	×	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	○	—	1～50
6	インダノファン	○	×	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	×	湛水田	1～50
6	インダノファン	○	×	オルトリン酸塩	○	湛水田	1～50
6	<65℃	○	○	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	○	湛水田	—
6	<65℃	○	○	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	○	—	1～50
6	<65℃	○	○	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	×	湛水田	1～50
6	<65℃	○	○	オルトリン酸塩	○	湛水田	1～50
6	<65℃	○	×	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	○	湛水田	1～50
6	<80℃	○	○	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	○	湛水田	1～50

【0025】

【表5】

表-1 (続き)

No.	農薬活性成分	N a p	L i g	オルトリン酸塩	S U	使用分野	希釈水量
7	インダノファン	○	○	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	○	湛水田	—
7	インダノファン	○	○	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	○	—	1～50
7	インダノファン	○	○	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	×	湛水田	1～50
7	インダノファン	○	○	オルトリン酸塩	○	湛水田	1～50
7	インダノファン	○	×	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	○	湛水田	1～50
7	<65℃	○	○	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	○	湛水田	1～50
8	インダノファン	○	○	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	○	湛水田	1～50

【0026】以下に実施例、比較例、試験例を挙げて、本発明の実施について具体的に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。なお、以下実施例において「部」は重量部を意味する。

(1) ビラゾスルホンエチル原体	5.92部
(2) インダノファン原体	40.67部
(3) 含水無晶形二酸化ケイ素	1.26部
(4) ナフタレンスルホン酸とアルキルナフタレンスルホン酸のホルマリン縮合物のナトリウム塩	8.17部
(5) リグニンスルホン酸ナトリウム	5.11部
(6) リン酸水素二アンモニウム	20.43部
(7) クレー	18.44部

【0029】上記成分を混合し、ジェットオーマイザー（セイシン企業製）で微粉碎し、粉末プレミックスAを得た。

(8) ホリオリキエチレンアルキルフェニルエーテルスルホン酸アンモニウム	7.38部
(9) パーフルオロアルキルリン酸塩	0.37部
(10) 水	92.25部

【0031】上記成分を混合し、液原料プレミックスBを得た。粉末プレミックスA 78.32部と液原料プレミックスB 21.68部を混合機に入れ、混合した後、口径0.5mmのスクリーンを装着した押し出し式

【0027】

【実施例】〔実施例1〕

【0028】

【表6】

【0030】

【表7】

造粒機を用いて造粒する。50℃で乾燥後、20～50メッシュのふるいで整粒し、本発明の粒状水和剤を得た。

【実施例2】

## 【0032】

(1) ビ <sup>+</sup> ラジ <sup>+</sup> スルフロンエチル原体	5. 9 2 部
(2) インダ <sup>+</sup> ノファン原体	4 0. 6 7 部
(3) 含水無晶形二酸化ケイ素	1. 2 6 部
(4) ナフタレンスルホン酸とアルキルナフタレンスルホン酸のホルマリン縮合物のナトリウム塩	8. 1 7 部
(5) リン酸水素二アンモニウム	2 0. 4 3 部
(6) クレー	2 3. 5 4 部

【0033】上記成分を混合し、ジェットオーマイザー（セイシン企業製）で微粉碎し、粉末プレミックスAを得た。

(7) ホ <sup>+</sup> リオキシエチレンアルキルフェニルエーテルスルホン酸アンモニウム	7. 3 8 部
(8) パ <sup>+</sup> フルオロアルキルリン酸塩	0. 3 7 部
(9) 水	9 2. 2 5 部

【0035】上記成分を混合し、液原料プレミックスBを得た。粉末プレミックスA 78. 3 2部と液原料プレミックスB 21. 6 8部を混合機に入れ、混合した後、口径0. 5 mmのスクリーンを装着した押し出し式造粒機を用いて造粒する。50℃で乾燥後、20～50

(1) インダ <sup>+</sup> ノファン原体	4 0. 6 7 部
(2) 含水無晶形二酸化ケイ素	1. 2 6 部
(3) ナフタレンスルホン酸とアルキルナフタレンスルホン酸のホルマリン縮合物のナトリウム塩	8. 1 7 部
(4) リガ <sup>+</sup> ニスルホン酸ナトリウム	5. 1 1 部
(5) リン酸水素二アンモニウム	2 0. 4 3 部
(6) クレー	2 4. 3 6 部

【0037】上記成分を混合し、ジェットオーマイザー（セイシン企業製）で微粉碎し、粉末プレミックスAを得た。

(7) ホ <sup>+</sup> リオキシエチレンアルキルフェニルエーテルスルホン酸アンモニウム	7. 3 8 部
(8) パ <sup>+</sup> フルオロアルキルリン酸塩	0. 3 7 部
(9) 水	9 2. 2 5 部

【0039】上記成分を混合し、液原料プレミックスBを得た。粉末プレミックスA 78. 3 2部と液原料プレミックスB 21. 6 8部を混合機に入れ、混合した後、口径0. 5 mmのスクリーンを装着した押し出し式造粒機を用いて造粒する。50℃で乾燥後、20～50

(1) インダ <sup>+</sup> ノファン原体	4 0. 6 7 部
(2) 含水無晶形二酸化ケイ素	1. 2 6 部
(3) ナフタレンスルホン酸とアルキルナフタレンスルホン酸のホルマリン縮合物のナトリウム塩	8. 1 7 部
(4) リン酸水素二アンモニウム	2 0. 4 3 部
(5) クレー	2 9. 4 7 部

【0041】上記成分を混合し、ジェットオーマイザー（セイシン企業製）で微粉碎し、粉末プレミックスAを得た。

(6) ホ <sup>+</sup> リオキシエチレンアルキルフェニルエーテルスルホン酸アンモニウム	7. 3 8 部
(7) パ <sup>+</sup> フルオロアルキルリン酸塩	0. 3 7 部
(8) 水	9 2. 2 5 部

【0043】上記成分を混合し、液原料プレミックスBを得た。粉末プレミックスA 78. 3 2部と液原料プレミックスB 21. 6 8部を混合機に入れ、混合した後、口径0. 5 mmのスクリーンを装着した押し出し式

## 【表8】

## 【0034】

## 【表9】

メッシュのふるいで整粒し、本発明の粒状水和剤を得た。

## 【実施例3】

## 【0036】

## 【表10】

## 【0038】

## 【表11】

メッシュのふるいで整粒し、本発明の粒状水和剤を得た。

## 【実施例4】

## 【0040】

## 【表12】

## 【0042】

## 【表13】

造粒機を用いて造粒する。50℃で乾燥後、20～50メッシュのふるいで整粒し、本発明の粒状水和剤を得た。

## 【比較例1】



## 【0044】

(1) ビ <sup>+</sup> ラジ <sup>+</sup> スルフロンエチル原体	5. 9 2 部
(2) インダ <sup>+</sup> ノファン原体	4 0. 6 7 部
(3) 含水無晶形二酸化ケイ素	1. 2 6 部
(4) ナフタレンスルホン酸とアルキルナフタレンスルホン酸のホルマリン縮合物のナトリウム塩	8. 1 7 部
(5) リガ <sup>+</sup> ニンスルホン酸ナトリウム	5. 1 1 部
(6) 塩化カリ	2 0. 4 3 部
(7) クレー	1 8. 4 4 部

【0045】上記成分を混合し、ジェットオーマイザー（セイシン企業製）で微粉碎し、粉末プレミックスAを得た。

(8) ホ <sup>+</sup> リオキシエチレンアルキルフェニルエーテルスルホン酸アンモニウム	7. 3 8 部
(9) パ <sup>+</sup> ーフルオロアルキルリン酸塩	0. 3 7 部
(10) 水	9 2. 2 5 部

【0047】上記成分を混合し、液原料プレミックスBを得た。粉末プレミックスA 78. 3 2と液原料プレミックスB 21. 6 8を混合機に入れ、混合した後、口径0. 5 mmのスクリーンを装着した押し出し式造粒機を用いて造粒する。50℃で乾燥後、20～50メッ

(1) ビ <sup>+</sup> ラジ <sup>+</sup> スルフロンエチル原体	5. 9 2 部
(2) インダ <sup>+</sup> ノファン原体	4 0. 6 7 部
(3) 含水無晶形二酸化ケイ素	1. 2 6 部
(4) ナフタレンスルホン酸とアルキルナフタレンスルホン酸のホルマリン縮合物のナトリウム塩	8. 1 7 部
(5) リガ <sup>+</sup> ニンスルホン酸ナトリウム	5. 1 1 部
(6) 硫酸アンモニウム	2 0. 4 3 部
(7) クレー	1 8. 4 4 部

【0049】上記成分を混合し、ジェットオーマイザー（セイシン企業製）で微粉碎し、粉末プレミックスAを得た。

(8) ホ <sup>+</sup> リオキシエチレンアルキルフェニルエーテルスルホン酸アンモニウム	7. 3 8 部
(9) パ <sup>+</sup> ーフルオロアルキルリン酸塩	0. 3 7 部
(10) 水	9 2. 2 5 部

【0051】上記成分を混合し、液原料プレミックスBを得た。粉末プレミックスA 78. 3 2と液原料プレミックスB 21. 6 8を混合機に入れ、混合した後、口径0. 5 mmのスクリーンを装着した押し出し式造粒機を用いて造粒する。50℃で乾燥後、20～50メッ

【0052】〔試験例1〕 水中崩壊性試験  
粒状水和剤1. 0 gを正確に秤量する。秤取した粒状水和剤を20℃の恒温水槽内に設置した3度硬水100 mlを入れた100 ml 共栓付試験管に投入する。20秒間静置した後、2秒間に反転1回のペースで、試験管の反転を行い、粒状水和剤が完全に崩壊するまでの反転回数を水中崩壊性とする。ただし、試験管の反転回数の最大を20回とし、20回反転しても、粒状水和剤が完全に崩壊しない場合は、反転回数を20回以上とする。反転回数は少ないほど、水中崩壊性は良好である。結果を表-2に示した。

〔試験例2〕 懸濁安定性試験1

## 【表14】

## 【0046】

## 【表15】

シュのふるいで整粒し、粒状水和剤を得た。

## 〔比較例2〕

## 【0048】

## 【表16】

## 【0050】

## 【表17】

試験例1で20回反転させた試験管を静置し、30分後の試験管の底の沈降物の量を測定し、懸濁安定性とする。沈降物の量が少ないほど、懸濁安定性は良好である。結果を表-2に示した。

〔試験例3〕 懸濁安定性試験2（低希釈倍率での試験）

粒状水和剤4. 0 gを正確に秤量する。秤取した粒状水和剤を20℃の恒温水槽内に設置した10度硬水50 ml（粒状水和剤の12. 5倍量）を入れた100 ml 共栓付メスシリンダーに投入する。20秒間静置した後、2秒間に反転1回のペースで、メスシリンダーの反転を30回行い、静置した。30分後、希釈液の高さの中間の位置から希釈液をホールピペットで1 ml採取し、農薬活性成分の含有量を液体クロマトグラフィーで計り、式（2）により懸垂率を求めた。懸垂率は100%に近いほど、より均一に懸濁しており、懸濁安定性は良好である。結果を表-3に示した。

## 【0053】

懸垂率 (%) = (B × V / A) × 100 (2)

A : 秤量した粒状水和剤中の農薬活性成分の重量

B : 採取した希釈液中の農薬活性成分の重量

V : 30回転倒後の希釈液の量 (ml)

【0054】

【表18】

表-2

粒状水和剤	水中崩壊性 (回)		懸濁安定性 (ml)	
	製造直後	50℃で1ヶ月保存	製造直後	50℃で1ヶ月保存
実施例1	7	7	0.15	0.35
実施例2	5	5	0.35	0.60
実施例3	7	7	0.15	0.40
実施例4	6	6	0.35	0.55
比較例1	5	20以上	0.20	1.80
比較例2	7	20以上	0.15	2.00

【0055】表-2より、本発明の粒状水和剤は、50℃で1ヶ月間という過酷な条件下で保存した後でも、水中崩壊性と懸濁安定性が良好であることが分かる。また、実施例1と2の比較及び実施例3と4の比較より、ナフタレンスルホン酸ホルマリン縮合物を単独で使用するよりも、リグニンスルホン酸ナトリウムと併用した方が、懸濁安定性が優れることが分かる。

【0056】

【表19】

表-3

粒状水和剤	懸垂率 (%)	
	(ビ'ラゾ'スルフロソエチル)	(インダ'ノファン)
実施例1	98.5	99.5
比較例1	80.2	73.2

【0057】表-3より、本発明の粒状水和剤は、少量の水に希釈した場合でも、懸濁安定性に優れることが分かる。

【0058】

【発明の効果】本発明の粒状水和剤は、過酷条件下で保存しても水希釈時の水中崩壊性や懸濁安定性が悪化せず、かつ少量の水に希釈した場合でも分散性や懸濁安定性に優れる。